






AJ

Method for the galvanization of metallic strip






Patent number: EP0979879
Publication date: 2000-02-16
Inventor: CANTACUZENE SERBAN (FR)
Applicant: AIR LIQUIDE (FR)
Classification:
- **International:** C23C2/02
- **European:** C23C2/02
Application number: EP19990401700 19990707
Priority number(s): FR19980010392 19980813

Also published as:

 US6224692 (B1)
 JP2000064006 (
 FR2782326 (A1)
 CA2280405 (A1)
 EP0979879 (B1)

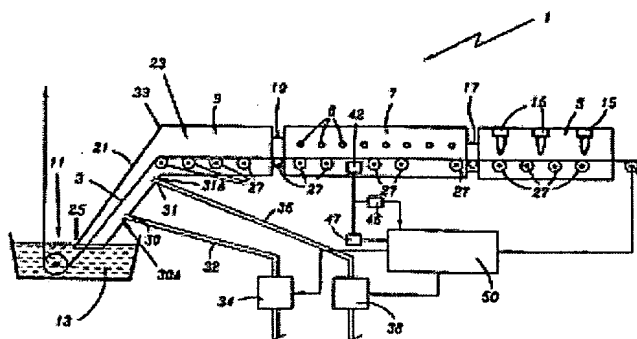
more >>

Cited documents:

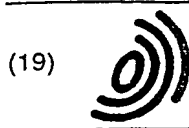
 US4557953
 US4107357
 GB2082206
 US4053663
 JP5306448
more >>

Abstract of EP0979879

Preheating furnace (5), annealing furnace (7), cooling unit (9) and strip hot-dipping unit (11) are connected in series by pipes (17, 19, 21), to form a continuous sleeve (23) for reducing atmosphere circulation. To renew the reducing atmosphere in the sleeve, inert gas and hydrogen are injected by regulating hydrogen flow as a function of surface amount of the strip to be treated per time unit. After immersion, the strip (3) is exposed to the reducing atmosphere to eliminate surface oxides. The inert gas in the reducing atmosphere which contains inert gas and hydrogen is preferably nitrogen. The surface amount of the strip (3) to be treated per unit of time is determined from the width of the strip (3) to be treated and from its speed of movement in the hot-dipping flow-line. The ratio between hydrogen concentration and steam concentration is maintained at a preset level at at least one point of the sleeve (23).



Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets



(11) EP 0 979 879 A1

(12) DEMANDE DE BREVET EUROPEEN

(43) Date de publication:
16.02.2000 Bulletin 2000/07

(51) Int Cl.7: C23C 2/02

(21) Numéro de dépôt: 99401700.2

(22) Date de dépôt: 07.07.1999

(84) Etats contractants désignés:
AT BE CH CY DE DK ES FI FR GB GR IE IT LI LU
MC NL PT SE
Etats d'extension désignés:
AL LT LV MK RO SI

(72) Inventeur: Cantacuzene, Serban
91300 Massy (FR)

(74) Mandataire: Mellul, Sylvie Lisette et al
L'Air Liquide,
Service Propriété Industrielle,
75, Quai d'Orsay
75321 Paris Cedex 07 (FR)

(30) Priorité: 13.08.1998 FR 9810392

(71) Demandeur: L'AIR LIQUIDE, SOCIETE ANONYME
POUR
L'ETUDE ET L'EXPLOITATION DES PROCEDES
GEORGES CLAUDE
75321 Paris Cédex 07 (FR)

(54) Procédé de galvanisation d'une bande métallique

(57) L'invention concerne un procédé de galvanisation d'une bande métallique (3) dans une ligne (1) de galvanisation en continu, la ligne (1) de galvanisation comprenant une gaine continue (23) de circulation d'une atmosphère réductrice comportant un gaz inerte et de l'hydrogène, dans lequel, avant de plonger la bande métallique (3) dans un bain (13) de zinc liquide ou d'un al-

liage de zinc liquide, on l'expose à cette atmosphère réductrice pour éliminer des oxydes présents sur la surface de la bande métallique (3), le procédé étant remarquable en ce que pour renouveler l'atmosphère réductrice dans ladite gaine (23), on y injecte le gaz inerte et l'hydrogène en réglant le débit d'hydrogène en fonction de la quantité de surface de la bande métallique à traiter par unité de temps.

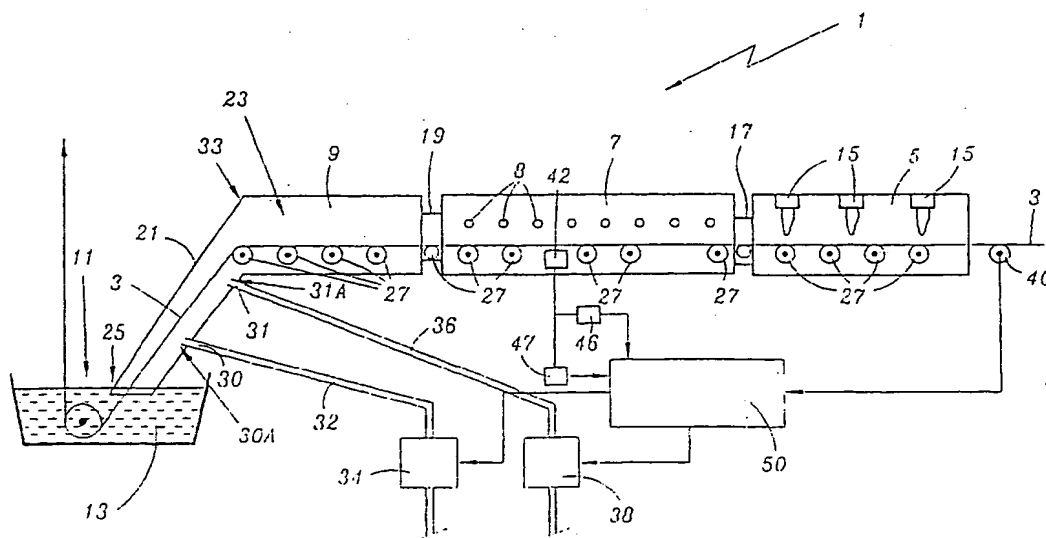


FIG.1

Description

[0001] L'invention est relative à un procédé de galvanisation d'une pièce métallique (bande, tôle...) dans une ligne de galvanisation en continu, la ligne de galvanisation comprenant, disposés en série et reliés les uns aux autres par des conduits pour former une gaine de circulation d'une atmosphère réductrice le plus souvent essentiellement composée d'un gaz inerte tel l'azote ou l'argon, et d'hydrogène, un four de préchauffage, un four de recuit, un poste de refroidissement et un poste de trempe de ladite pièce métallique dans un bain de zinc liquide ou d'un alliage de zinc, dans lequel, avant de plonger la pièce métallique dans le bain liquide, on l'expose à cette atmosphère réductrice pour éliminer des oxydes présents sur la surface de la pièce métallique.

[0002] On parlera dans la description qui suit de « bande » métallique pour fixer les esprits, ainsi que indifféremment de bain de zinc liquide ou d'un alliage de zinc liquide, sans que l'appellation choisie puisse être considérée comme restrictive. On sait en effet que l'industrie utilise des alliages extrêmement variés, notamment dans leur teneur en zinc et/ou en aluminium.

[0003] Généralement donc, une ligne de galvanisation en continu comprend au moins quatre zones de traitement de la bande métallique à galvaniser : une zone de préchauffage, une zone de recuit, une zone de refroidissement et une zone de trempe comprenant un bain de zinc dans lequel est plongée la bande métallique à galvaniser.

[0004] On connaît des lignes de galvanisation dans lesquelles la zone de préchauffage comprend un four équipé de brûleurs à flamme nue servant d'une part à réchauffer rapidement la bande métallique à traiter à une température typiquement comprise entre 400° C et 700° C, et d'autre part à soumettre à une pyrolyse les huiles de laminage présentes sur la surface de la bande.

[0005] Pour prévenir une oxydation de la bande métallique ainsi traitée, on fait fonctionner les brûleurs en défaut d'air pour assurer une atmosphère non oxydante vis-à-vis du fer.

[0006] Pour pouvoir assurer une bonne galvanisation c'est à dire notamment une bonne adhérence entre couche et bande métallique, il est indispensable d'éliminer toute couche d'oxyde en surface avant de plonger la bande métallique dans le bain de zinc. Ceci est réalisé en exposant la bande métallique dans le four de recuit à une atmosphère réductrice constituée le plus souvent d'un mélange d'azote et d'hydrogène, la teneur en hydrogène étant en général comprise entre 15% et 40%.

[0007] A cet effet, les différentes zones de traitement de la ligne de galvanisation sont reliées les unes aux autres par des conduits pour former une gaine de circulation de l'atmosphère réductrice.

[0008] Pour régénérer constamment cette atmosphère réductrice dans cette gaine et conserver ainsi son caractère réducteur, le mélange d'azote et d'hydrogène est injecté dans un conduit également appelé trompe

ou cloche dont une extrémité plonge dans le bain de zinc et dont l'autre extrémité est raccordée à l'extrémité de sortie du poste de refroidissement, de sorte que l'atmosphère réductrice circule en sens opposé au sens de défilement de la bande métallique à traiter.

[0009] A l'heure actuelle, pour une ligne de galvanisation donnée, le débit du mélange d'azote et d'hydrogène et la teneur en hydrogène de ce mélange sont maintenus à un même niveau, indépendamment des caractéristiques et de la vitesse de défilement des bandes métalliques à traiter.

[0010] En pratique, pour permettre aussi bien le traitement de bandes métalliques de grande largeur que celles présentant une petite largeur, pour accommoder tant les faibles vitesses de défilement que les vitesses élevées, le débit du mélange d'azote et d'hydrogène et la teneur en hydrogène de ce mélange sont fixés à un niveau élevé de façon à permettre le traitement même des cas les plus défavorables, c'est-à-dire les bandes métalliques de grandes dimensions surfaciques et/ou traitées à des vitesses élevées. Mais on le conçoit, cet excès de qualité que représente un mélange riche en hydrogène injecté à un débit élevé entraîne un coût non négligeable pour cette atmosphère réductrice. D'autre part les conditions d'injection d'atmosphère étant fixées, alors que la surface à traiter par unité de temps peut varier, la production de vapeur d'eau dans l'enceinte du fait de la réduction des oxydes va bel et bien faire varier le caractère réducteur de l'atmosphère et donc entraîner des variations de qualité du produit final.

[0011] L'invention vise à proposer un procédé permettant d'optimiser l'utilisation de l'atmosphère réductrice en vue de réduire le coût engendré par celle-ci dans l'exploitation de la ligne de galvanisation ainsi que mieux maintenir le niveau de qualité des produits qui sortent de la ligne.

[0012] A cet effet, l'invention a pour objet un procédé de galvanisation d'une bande métallique dans une ligne de galvanisation en continu, la ligne de galvanisation comprenant, disposés en série et reliés les uns aux autres par des conduits pour former une gaine continue de circulation d'une atmosphère réductrice comportant un gaz inerte et de l'hydrogène, un four de préchauffage, un four de recuit, un poste de refroidissement et un poste de trempe de ladite bande métallique dans un bain de zinc liquide ou d'un alliage de zinc liquide, dans lequel, avant de plonger la bande métallique dans le bain, on l'expose à cette atmosphère réductrice pour éliminer des oxydes présents sur sa surface, caractérisé en ce que pour renouveler l'atmosphère réductrice dans ladite gaine, on y injecte le gaz inerte et l'hydrogène en réglant le débit d'hydrogène en fonction de la quantité de surface de bande métallique à traiter par unité de temps.

[0013] Le procédé selon l'invention peut de plus comporter une ou plusieurs des caractéristiques suivantes :

- on détermine la quantité de surface de bande métallique à traiter par unité de temps à partir de la

largeur de la bande métallique à traiter et à partir de la vitesse de défilement de celle-ci dans la ligne de galvanisation ;

- on maintient, en au moins un point de ladite gaine, le rapport entre la concentration d'hydrogène et la concentration en vapeur d'eau de l'atmosphère, sensiblement à un niveau prédéfini ;
- on maintient ledit rapport à un niveau prédéfini en au moins un point du four de recuit ;
- on injecte le gaz inerte au niveau d'un premier emplacement dans ladite gaine, et de l'hydrogène ou bien un mélange gaz inerte/hydrogène au niveau d'un second emplacement distant du premier emplacement et plus éloigné du bain liquide dudit poste de trempe ;
- on injecte le gaz inerte, et l'hydrogène ou le mélange gaz inerte/hydrogène, dans le conduit de raccordement dudit poste de refroidissement audit poste de trempe ;
- on fixe le débit de gaz inerte injecté dans la gaine au niveau du premier emplacement, et on règle le débit d'hydrogène ou de mélange gaz inerte/hydrogène injecté au niveau du second emplacement, en fonction d'une valeur de consigne de teneur en vapeur d'eau au niveau d'un point du four de recuit ;
- on fixe le débit de gaz inerte injecté dans la gaine au niveau du premier emplacement, et on règle le débit d'hydrogène ou de mélange gaz inerte/hydrogène injecté au niveau du second emplacement, de façon à effectuer ledit maintien en au moins un point du four de recuit dudit rapport entre la concentration d'hydrogène et la concentration en vapeur d'eau de l'atmosphère sensiblement audit niveau prédéfini ;
- on règle le débit de gaz inerte injecté dans la gaine au niveau du premier emplacement, en fonction d'une valeur de consigne de teneur en vapeur d'eau au niveau d'un point du four de recuit ;
- on règle le débit de gaz inerte injecté dans la gaine au niveau du premier emplacement, de façon à effectuer ledit maintien en au moins un point du four de recuit dudit rapport entre la concentration d'hydrogène et la concentration en vapeur d'eau de l'atmosphère sensiblement audit niveau prédéfini ;
- on injecte le gaz inerte dans la gaine au niveau du premier emplacement à débit sensiblement constant, et on injecte en outre du gaz inerte dans le four de recuit, le débit de gaz inerte injecté dans le four de recuit étant réglé en fonction d'une valeur de consigne de teneur en vapeur d'eau au niveau d'un point du four de recuit ;
- on injecte le gaz inerte dans la gaine au niveau du premier emplacement à débit sensiblement constant, et on injecte en outre du gaz inerte dans le four de recuit, le débit de gaz inerte injecté dans le four de recuit étant réglé de façon à effectuer ledit maintien en au moins un point du four de recuit, dudit rapport entre la concentration d'hydrogène et la

concentration en vapeur d'eau de l'atmosphère sensiblement audit niveau prédéfini.

[0014] D'autres caractéristiques et avantages de l'invention ressortiront de la description suivante, donnée à titre d'exemple, sans caractère limitatif, en regard des dessins annexés sur lesquels :

- la figure 1 est une représentation schématique d'une ligne de galvanisation en continu fonctionnant selon un procédé conforme à l'invention ;
- la figure 2 montre une courbe représentant l'évolution du logarithme du rapport de la teneur en vapeur d'eau sur la teneur en hydrogène de l'atmosphère en un point du four de recuit, en fonction de la surface de bande métallique traitée, ceci pour un réglage d'atmosphère donné.

[0015] Sur la figure 1 est représentée de façon schématique une ligne 1 de galvanisation d'une bande métallique 3, par exemple en acier.

[0016] La ligne de galvanisation 1 comprend, disposés en série, un four 5 de préchauffage, un four 7 de recuit, un poste 9 de refroidissement et un poste 11 de trempe comprenant un bain 13 de zinc liquide ou d'alliage liquide.

[0017] Le four 5 de préchauffage est par exemple équipé de brûleurs 15 à flamme nue servant d'une part à réchauffer rapidement la bande métallique 3 à traiter, à une température typiquement comprise entre 400° C et 700° C, et d'autre part à soumettre à une pyrolyse les huiles de laminage présentes sur la surface de la bande.

[0018] Le four 7 de recuit est par exemple équipé de résistances électriques ou de tubes radiants schématisés en 8.

[0019] Le poste 9 de refroidissement sert à refroidir la bande métallique 3 en sortie du four 7 de recuit, à une valeur par exemple proche de 470° C.

[0020] Par ailleurs, le four 5 de préchauffage, le four 7 de recuit, le poste 9 de refroidissement et le poste 11 de trempe, qui ont chacun une forme de tunnel, sont reliés les uns aux autres par des conduits 17, 19 et 21 pour former avec ceux-ci une gaine continue 23 de circulation d'une atmosphère réductrice essentiellement composée d'azote et d'hydrogène.

[0021] De plus, le conduit 21 reliant l'extrémité de sortie du poste 9 de refroidissement au poste 11 de trempe est incliné vers le bas et plonge avec son extrémité 25 dans le bain liquide 13. Ce conduit 21 est souvent appelé trompe ou cloche.

[0022] En outre, la ligne de galvanisation 1 comprend selon l'invention, d'une part, un injecteur 30 d'un gaz inerte, par exemple d'azote, disposé dans la paroi de la trompe 21 au niveau d'un premier emplacement 30A situé au voisinage de l'extrémité 25 de la trompe plongée dans le bain liquide 13, au dessus de celui-ci, et d'autre part, un injecteur d'hydrogène 31 (ou d'un mélange d'hydrogène et d'un gaz inerte) disposé dans la paroi de la

trompe 21 au niveau d'un second emplacement 31A situé au voisinage de l'extrémité 33 de celle-ci qui est raccordée au poste 9 de refroidissement.

[0023] Cette disposition avantageuse où l'azote est injecté au niveau du premier emplacement 30A qui se trouve à proximité de l'extrémité 25 de la trompe 21 plongée dans le bain de liquide 13, permet dans la partie inférieure de la trompe 21 de former un tampon qui empêche l'hydrogène injecté à distance au niveau de l'emplacement 31A de se dissoudre dans le bain de zinc liquide 13.

[0024] Comme on peut le constater à la lecture de la figure, l'injecteur 30 est relié à un conduit d'alimentation 32 dans lequel est disposé un organe 34 de régulation de débit et l'injecteur 31 est relié à un conduit d'alimentation 36 dans lequel est disposé un organe 38 de régulation de débit.

[0025] En outre, la ligne 1 comprend des moyens 40 de détermination et de réglage de la vitesse de défilement de la bande métallique 3.

[0026] Par ailleurs, une prise d'échantillon de gaz 42 à l'intérieur du four de recuit, par exemple en milieu de four ou encore dans le dernier 1/3 du four, permet de renvoyer des prélèvements d'atmosphère à des fins d'analyse, par exemple comme représenté sur la figure vers un analyseur 47 de la teneur en hydrogène du prélèvement, et vers un analyseur 46 de la teneur en vapeur d'eau du prélèvement.

[0027] Bien entendu, en lieu et place de cette analyse ex-situ, on pourrait également sans sortir du cadre de la présente invention, utiliser une sonde à oxygène dans le four, sonde qui délivre un potentiel corrélé au rapport H_2/H_2O .

[0028] Les moyens 40, ainsi que les analyseurs 46 et 47, sont reliés à une unité 50 de traitement de données (par exemple un automate programmable), unité apte à son tour à commander le fonctionnement des deux régulateurs de débit 34 et 38.

[0029] Lors de son traitement, la bande métallique 3 guidée par des rouleaux 27 passe successivement dans le four 5 de préchauffage pour être amenée à une température située ici entre 400°C et 700°C, puis dans le four 7 de recuit pour assurer ses caractéristiques métallurgiques, dans le poste 9 de refroidissement pour être amenée à une température proche de 470°C et enfin dans le poste 11 de trempe afin d'être recouverte de zinc.

[0030] En même temps, l'unité 50 relève comme décrit précédemment, la vitesse de défilement de la bande métallique 3, le point de rosée ainsi que la teneur en hydrogène de l'atmosphère en au moins un point (42) du four 7 de recuit, et commande par l'intermédiaire des régulateurs 34 et 38 les débits d'azote et/ou d'hydrogène injectés dans la trompe 21, en conformité avec l'un des modes de mise en oeuvre de l'invention décrits plus haut dans la présente description.

[0031] L'unité 50 règle ces débits d'azote et d'hydrogène en fonction de la quantité de surface de la bande

métallique à traiter par unité de temps.

[0032] Avantagusement, pour déterminer la quantité de surface de la bande métallique à traiter par unité de temps, on prend en compte la vitesse de défilement de la bande dans la ligne fournie par les moyens 40, et la largeur de la bande 3.

[0033] Afin d'illustrer plus clairement cette notion de réglage des débits en fonction de la quantité de surface de la bande métallique à traiter par unité de temps (facteur que l'on évalue en ne considérant qu'une face de la bande), considérons la courbe présentée figure 2, qui a été obtenue pour un acier donné ayant une application dans l'industrie du bâtiment, dans les conditions suivantes

- injection en 30A: de l'azote d'origine cryogénique, à un débit de 50 Nm³/h; injection en 31A: de l'ammoniac craqué, à un débit de 70 Nm³/h (de telles conditions donnent donc globalement un débit de mélange de 120 Nm³/h, un débit d'hydrogène de 52,5 Nm³/h, et une concentration d'hydrogène dans le mélange de 43,8%);
- le point de prélèvement d'atmosphère (42) était situé à environ 1m de la fin du four de recuit (en considérant le sens de déplacement de la bande);
- la vitesse de la ligne était comprise entre 25 et 80 m/min, pour une largeur de bande toujours comprise dans l'intervalle allant de 1m à 1,20m.

[0034] On voit bien alors sur cette figure l'augmentation du rapport H_2O/H_2 dans le four de recuit lorsque la surface traitée par unité de temps (S/t) croît, signe d'une production croissante de vapeur d'eau. On constate donc qu'il est possible sur cette courbe de définir pour cette ligne de galvanisation et ce réglage moyen de gaz qui a été mis en oeuvre, deux grands domaines de surface traitée par unité de temps: un domaine où S/t est inférieur à environ 50m²/min, et un domaine où S/t est compris entre environ 50m²/min et 90m²/min.

[0035] Il apparaît alors avantageux pour des conditions de production correspondant au premier domaine, de diminuer le débit d'hydrogène injecté en 31 et/ou la teneur en hydrogène du mélange, en se permettant ainsi de dégrader légèrement le rapport H_2O/H_2 en ramenant le point de rosée de l'atmosphère autour de -15°C, alors que pour des conditions de production correspondant au second domaine, il serait avantageux d'améliorer le point de rosée de l'atmosphère (diminution du rapport H_2O/H_2) en augmentant le débit d'hydrogène injecté en 31 et/ou la teneur en hydrogène du mélange, et permettre ainsi au point de rosée de l'atmosphère de descendre au voisinage de -15 à -20°C, compte tenu de l'acier traité sur cette ligne.

[0036] On peut alors proposer pour chacun des domaines les conditions suivantes:

- pour le domaine où S/t est inférieur à environ 50m²/min: un débit de mélange N₂/H₂ de 130 Nm³/h,

pour un débit d'hydrogène de 27 Nm³/h, et une concentration d'hydrogène dans le mélange de 20,7% ;

- pour le domaine où S/t est compris entre environ 50m²/min et 90m²/min: un débit de mélange N₂/H₂ de 150 Nm³/h, pour un débit d'hydrogène de 48,5 Nm³/h, et une concentration d'hydrogène dans le mélange de 32,3% .

[0037] L'ensemble permettant de maintenir constant le débit d'hydrogène rapporté à S/t, à une valeur voisine de 0,009 m³ d'hydrogène par m² de bande.

[0038] La figure 2 illustre donc un exemple d'abaques qu'il est possible de réaliser sur une ligne donnée, pour un ou plusieurs aciers traité(s), en adoptant un réglage de gaz moyen, et en balayant une gamme typique de variation de la surface traitée par unité de temps (qui tient compte de la gamme de vitesse de ligne habituellement pratiquée, et de la gamme de largeurs de produits traités sur la ligne considérée), la lecture de ces abaques permettant de déterminer les modifications des réglages d'alimentation en gaz qu'il est avantageux d'adopter dans chaque cas.

[0039] On a décrit dans ce qui précède un mode de réalisation où le débit d'azote injecté par l'intermédiaire de l'injecteur 30 est maintenu constant lors du fonctionnement de la ligne de galvanisation et seul le débit d'hydrogène en 31 est réglé et modifié en fonction de la quantité de surface de bande métallique à traiter.

[0040] Mais on conçoit que selon le cas considéré (amélioration ou dégradation du point de rosée de l'atmosphère), l'on puisse également ou en remplacement agir sur l'injection de gaz inerte au point 30A.

[0041] Selon une autre variante du procédé selon l'invention, on réalise un zonage en hydrogène de la zone de refroidissement, en injectant, outre de l'azote dans la gaine 23 au niveau du premier emplacement 30A à un débit sensiblement constant, et l'hydrogène au niveau de l'emplacement 31A, de l'azote dans le four 7 de recuit, de préférence dans la dernière portion de sortie de celui-ci. Et dans ce cas de figure, on peut régler le débit d'azote injecté dans le four 7 de recuit en fonction d'une valeur de consigne du point de rosée au niveau de ce four.

[0042] Cette disposition permet d'une part d'élever localement la concentration d'hydrogène au niveau du poste 9 de refroidissement, protégeant ainsi la surface de la bande contre une oxydation avant d'être plongée dans le bain de zinc 13, et d'autre part de contribuer au refroidissement de la bande 3.

[0043] On voit donc que selon ses multiples mode de mise en oeuvre, le procédé de l'invention permet non seulement de réduire la consommation d'hydrogène et ainsi le coût d'exploitation pour régénérer l'atmosphère réductrice, mais d'autre part d'obtenir plus sûrement et dans des conditions économiques qui ne soient pas la simple mise en place d'un excès de qualité d'atmosphère, une constance des caractéristiques des produits que

sort la ligne de galvanisation.

Revendications

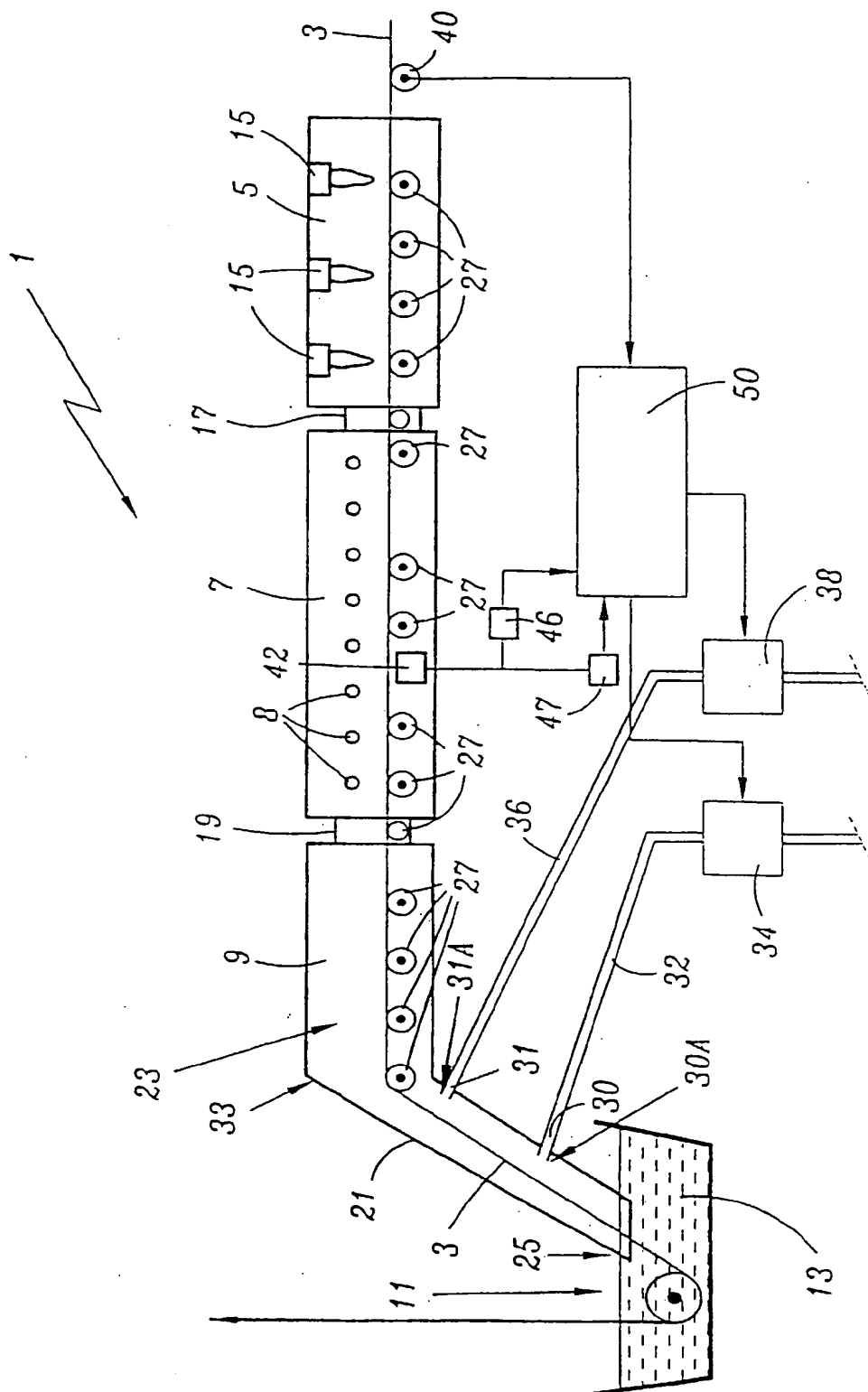
1. Procédé de galvanisation d'une bande métallique (3) dans une ligne (1) de galvanisation en continu, la ligne (1) de galvanisation comprenant, disposés en série et reliés les uns aux autres par des conduits (17, 19, 21) pour former une gaine continue (23) de circulation d'une atmosphère réductrice comportant un gaz inerte et de l'hydrogène, un four (5) de préchauffage, un four (7) de recuit, un poste (9) de refroidissement et un poste (11) de trempe de ladite bande métallique dans un bain (13) de zinc liquide ou d'un alliage de zinc liquide, dans lequel, avant de plonger la bande métallique (3) dans le bain (13), on l'expose à cette atmosphère réductrice pour éliminer des oxydes présents sur sa surface, caractérisé en ce que pour renouveler l'atmosphère réductrice dans ladite gaine (23), on y injecte le gaz inerte et l'hydrogène en réglant le débit d'hydrogène en fonction de la quantité de surface de la bande métallique à traiter par unité de temps.
2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'on détermine la quantité de surface de la bande métallique à traiter par unité de temps à partir de la largeur de la bande métallique (3) à traiter et à partir de la vitesse de défilement de celle-ci dans la ligne de galvanisation (1).
3. Procédé selon la revendication 1 ou 2, caractérisé en ce que l'on maintient, en au moins un point de ladite gaine (23), le rapport entre la concentration d'hydrogène et la concentration en vapeur d'eau de l'atmosphère sensiblement à un niveau prédéfini.
4. Procédé selon la revendication 3, caractérisé en ce que l'on maintient ledit rapport à un niveau prédéfini en au moins un point du four de recuit.
5. Procédé selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que l'on injecte le gaz inerte au niveau d'un premier emplacement (30A) dans ladite gaine (23), et de l'hydrogène ou bien un mélange gaz inerte/hydrogène au niveau d'un second emplacement (31A) distant du premier emplacement (30A) et plus éloigné du bain liquide (13) dudit poste de trempe (11).
6. Procédé selon la revendication 5, caractérisé en ce que l'on injecte le gaz inerte, et l'hydrogène ou le mélange gaz inerte/hydrogène, dans le conduit (21) de raccordement dudit poste (9) de refroidissement audit poste de trempe (11).
7. Procédé selon la revendication 5 ou 6, caractérisé

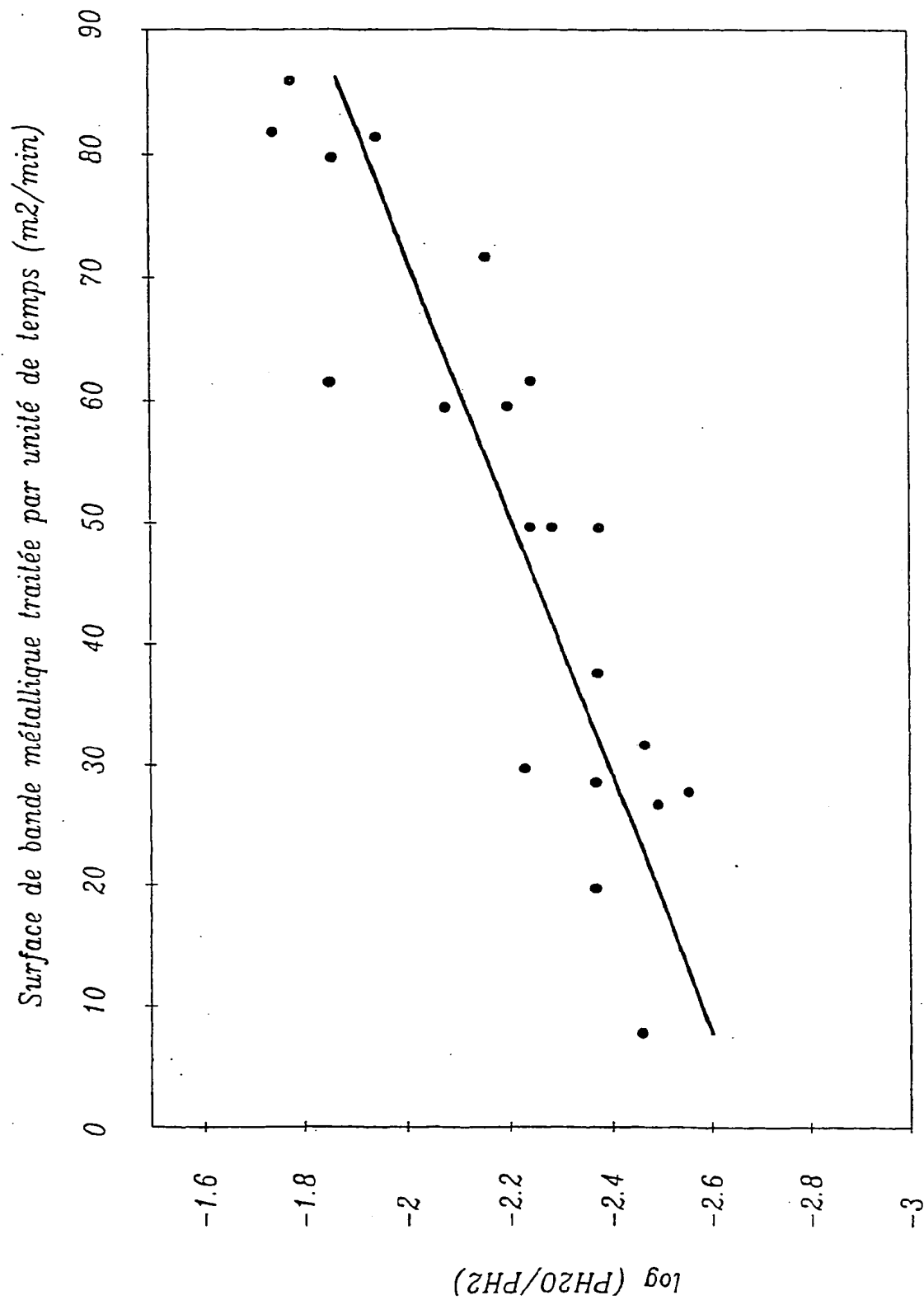
en ce que l'on fixe le débit de gaz inerte injecté dans la gaine (23) au niveau du premier emplacement (30A), et en ce que l'on règle le débit d'hydrogène ou de mélange gaz inerte/hydrogène injecté au niveau du second emplacement (31A), en fonction d'une valeur de consigne de teneur en vapeur d'eau au niveau d'un point du four de recuit (7).

8. Procédé selon la revendication 5 ou 6 dans sa dépendance à la revendication 4, caractérisé en ce que l'on fixe le débit de gaz inerte injecté dans la gaine (23) au niveau du premier emplacement (30A), et en ce que l'on règle le débit d'hydrogène ou de mélange gaz inerte/hydrogène injecté au niveau du second emplacement (31A), de façon à effectuer ledit maintien en au moins un point du four de recuit dudit rapport entre la concentration d'hydrogène et la concentration en vapeur d'eau de l'atmosphère sensiblement audit niveau prédéfini. 10 15 20
9. Procédé selon la revendication 5 ou 6, caractérisé en ce que l'on règle le débit de gaz inerte injecté dans la gaine (23) au niveau du premier emplacement (30A), en fonction d'une valeur de consigne de teneur en vapeur d'eau au niveau d'un point du four de recuit (7). 25
10. Procédé selon la revendication 5 ou 6, dans sa dépendance à la revendication 4, caractérisé en ce que l'on règle le débit de gaz inerte injecté dans la gaine (23) au niveau du premier emplacement (30A), de façon à effectuer ledit maintien en au moins un point du four de recuit dudit rapport entre la concentration d'hydrogène et la concentration en vapeur d'eau de l'atmosphère sensiblement audit niveau prédéfini. 30 35
11. Procédé selon la revendication 6, caractérisé en ce que l'on injecte le gaz inerte dans la gaine (23) au niveau du premier emplacement (30A) à débit sensiblement constant, et en ce que l'on injecte en outre du gaz inerte dans le four de recuit (7), le débit de gaz inerte injecté dans le four de recuit (7) étant réglé en fonction d'une valeur de consigne de teneur en vapeur d'eau au niveau d'un point du four de recuit (7). 40 45
12. Procédé selon la revendication 6, dans sa dépendance à la revendication 4, caractérisé en ce que l'on injecte le gaz inerte dans la gaine (23) au niveau du premier emplacement (30A) à débit sensiblement constant, et en ce que l'on injecte en outre du gaz inerte dans le four de recuit (7), le débit de gaz inerte injecté dans le four de recuit (7) étant réglé de façon à effectuer ledit maintien en au moins un point du four de recuit, dudit rapport entre la concentration d'hydrogène et la concentration en vapeur d'eau de l'atmosphère sensiblement audit ni- 50 55

veau prédéfini.

13. Procédé selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que ledit gaz inerte est de l'azote.

**FIG.1**





Office européen
des brevets

RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numéro de la demande
EP 99 40 1700

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int.Cl.7)
A	US 4 557 953 A (BOSTON STEVEN L ET AL) 10 décembre 1985 (1985-12-10) * le document en entier *	1,3,13	C23C2/02
A	US 4 107 357 A (ASAKAWA KENICHI ET AL) 15 août 1978 (1978-08-15) * le document en entier *	1,2,5,6,13	
A	GB 2 082 206 A (LYSAGHT AUSTRALIA LTD) 3 mars 1982 (1982-03-03) * le document en entier *	1,11-13	
A	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 018, no. 114 (C-1171), 24 février 1994 (1994-02-24) & JP 05 306448 A (NIPPON STEEL CORP), 19 novembre 1993 (1993-11-19) * abrégé *	1	
A	US 4 053 663 A (CALDWELL LAURENCE B ET AL) 11 octobre 1977 (1977-10-11) * le document en entier *	1,3,5,6	DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int.Cl.7)
A	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 016, no. 537 (C-1003), 6 novembre 1992 (1992-11-06) & JP 04 202633 A (NIPPON STEEL CORP), 23 juillet 1992 (1992-07-23) * abrégé *	1,2	C23C
Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications			
Lieu de la recherche LA HAYE		Date d'achèvement de la recherche 6 décembre 1999	Examineur Ceulemans, J
CATEGORIE CES DOCUMENTS CITES		T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet antérieur mais publié à la date de dépôt ou après cette date D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille - document correspondant	
X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire			

FP0/FC/PM 1503 03/92 (P04C02)

**ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE
RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET EUROPEEN NO.**

EP 99 40 1700

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche européenne visé ci-dessus.
Lesdits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du
Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets.

06-12-1999

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
US 4557953 A	10-12-1985	AT 34412 T	15-06-1988
		AU 586635 B	20-07-1989
		AU 4535485 A	06-02-1986
		BR 8503602 A	29-04-1986
		CA 1263930 A	19-12-1989
		DE 3562783 A	23-06-1988
		EP 0172681 A	26-02-1986
		ES 545710 A	16-05-1986
		FI 852937 A, B,	31-01-1986
		JP 1029866 B	14-06-1989
		JP 1547201 C	28-02-1990
		JP 61041754 A	28-02-1986
US 4107357 A	15-08-1978	JP 1039029 C	31-03-1981
		JP 52035722 A	18-03-1977
		JP 55031826 B	21-08-1980
		CA 1069390 A	08-01-1980
GB 2082206 A	03-03-1982	AR 226738 A	13-08-1982
		BE 889991 A	16-12-1981
		BR 8105280 A	27-04-1982
		CA 1192101 A	20-08-1985
		DE 3132120 A	25-03-1982
		DK 355581 A, B,	20-02-1982
		FR 2488913 A	26-02-1982
		IE 51782 B	01-04-1987
		IN 156849 A	16-11-1985
		IT 1171464 B	10-06-1987
		JP 1684058 C	31-07-1992
		JP 3038322 B	10-06-1991
		JP 57060014 A	10-04-1982
		LU 83562 A	01-12-1981
		MX 156647 A	22-09-1988
		MY 88385 A	31-12-1985
		NL 8103803 A	16-03-1982
		NZ 197931 A	31-07-1984
		PH 16269 A	25-08-1983
		SE 8104720 A	20-02-1982
JP 05306448 A	19-11-1993	SG 66784 G	15-03-1985
		ZA 8105392 A	25-08-1982
US 4053663 A	11-10-1977	AUCUN	
		AU 5860673 A	30-01-1975
		BE 803307 A	07-02-1974
		CA 1016423 A	30-08-1977

Pour tout renseignement concernant cette annexe : voir Journal Officiel de l'Office européen des brevets. No.12/82

**ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE
RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET EUROPEEN NO.**

EP 99 40 1700

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche européenne visé ci-dessus.
Lesdits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du
Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets.

06-12-1999

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
US 4053663 A		DE 2339916 A	28-02-1974
		FR 2195699 A	08-03-1974
		GB 1436213 A	19-05-1976
		IT 990172 B	20-06-1975
		JP 974689 C	19-10-1979
		JP 49084928 A	15-08-1974
		JP 54008335 B	14-04-1979
		LU 68194 A	01-10-1974
		NL 7311038 A, B,	12-02-1974
		SE 393403 B	09-05-1977
		ZA 7305088 A	31-07-1974
JP 04202633 A	23-07-1992	JP 2530939 B	04-09-1996

Pour tout renseignement concernant cette annexe : voir Journal Officiel de l'Office européen des brevets, No.12/82

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☒ FADED TEXT OR DRAWING
- ☐ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.